

Analisis gas – Pembuatan campuran gas untuk kalibrasi menggunakan metode dinamis – Bagian 7 : Pengendali alir-massa termal

Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic methods — Part 7: Thermal mass-flow controllers

(ISO 6145-7:2018, IDT)

Pengguna dari RSNI ini diminta untuk menginformasikan adanya hak paten dalam dokumen ini, bila diketahui, serta memberikan informasi pendukung lainnya (pemilik paten, bagian yang terkena paten, alamat pemberi paten dan lain-lain).

Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	2
2 Acuan normatif	2
3 Istilah dan definisi	2
4 Simbol	4
5 Prinsip	4
6 Pengaturan	4
7 Pembuatan campuran gas	8
8 Perhitungan	14
Lampiran A (informatif) Gas pra-campuran untuk pembuatan campuran dengan pengenceran tinggi	20
Lampiran B (Informatif) Petunjuk praktis	22
Lampiran C (Informatif) Perhitungan ketidakpastian	26
Bibliografi	32

Prakata

SNI ISO 6145-7:2018, *Analisis gas — Pembuatan campuran gas untuk kalibrasi menggunakan metode dinamis — Bagian 7: Pengendali alir-massa termal*, merupakan standar yang disusun dengan jalur adopsi tingkat keselarasan identik dari ISO 6145-7:2018, *Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic methods — Part 7: Thermal mass-flow controllers* dengan metode terjemahan dua bahasa yang ditetapkan oleh BSN pada tahun 2024.

ISO 6145, *Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic methods* ini merupakan standar berseri yang terdiri dari bagian-bagian berikut:

- *Part 1: General aspects*
- *Part 2: Piston pumps*
- *Part 4: Continuous syringe injection method*
- *Part 5: Capillary calibration devices*
- *Part 6: Critical flow orifices*
- *Part 7: Thermal mass-flow controllers*
- *Part 8: Diffusion method*
- *Part 9: Saturation method*
- *Part 10: Permeation method*
- *Part 11: Electrochemical generation*

Terdapat standar yang dijadikan sebagai acuan normatif dalam Standar ini telah diadopsi menjadi SNI, yaitu:

- ISO 6143:2001, *Gas analysis — Comparison methods for determining and checking the composition of calibration gas mixtures*, telah diadopsi dengan tingkat keselarasan identik menjadi SNI ISO 6143:2001, *Analisis gas - Perbandingan metode untuk menentukan dan memeriksa komposisi campuran gas untuk kalibrasi*.
- ISO 6145-1:2019, *Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods — Part 1: Methods of calibration*, telah diadopsi dengan tingkat keselarasan identik menjadi SNI ISO 6145-1:2019, *Analisis gas — Pembuatan campuran gas untuk kalibrasi menggunakan metode dinamis — Bagian 1: Aspek umum*.
- ISO 7504:2015, *Gas analysis — Vocabulary*, telah diadopsi dengan tingkat keselarasan identik menjadi SNI ISO 7504:2015 *Analisis gas - Kosa kata*.
- ISO 12963:2017, *Gas analysis — Comparison methods for the determination of the composition of gas mixtures based on one- and two-point calibration*, telah diadopsi dengan tingkat keselarasan identik menjadi SNI ISO 12963:2017, *Analisis gas - Perbandingan metode untuk menentukan dan memeriksa komposisi campuran gas berdasarkan kalibrasi satu dan dua titik*.
- ISO 19229:2019, *Gas analysis — Purity analysis and the treatment of purity data*, telah diadopsi dengan tingkat keselarasan identik menjadi SNI ISO 19229:2019, *Analisis gas-analisis kemurnian dan perlakuan terhadap data kemurnian*

Dalam Standar ini istilah “*this document*” pada standar ISO 6145-7:2018 yang diadopsi diganti dengan “*this Standard*” dan diterjemahkan menjadi “Standar ini”.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 71-06, Analisis gas. Standar ini telah dibahas melalui rapat teknis dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 27 Juni 2024 di Jakarta melalui gabungan rapat luring-daring, yang dihadiri oleh para pemangku kepentingan

(stakeholders) terkait yaitu perwakilan dari pemerintah, pelaku usaha, konsumen, dan pakar. Standar ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 9 Juli 2024 sampai dengan 24 Juli dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu ISO 6145-7:2018 dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari Standar ini dapat berupa hak kekayaan intelektual (HAKI). Namun selama proses perumusan SNI, Badan Standardisasi Nasional telah memperhatikan penyelesaian terhadap kemungkinan adanya HAKI terkait substansi SNI. Apabila setelah penetapan SNI masih terdapat permasalahan terkait HAKI, Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab mengenai bukti, validitas, dan ruang lingkup dari HAKI tersebut.

“Halaman ini sengaja dikosongkan untuk memastikan bahwa penyajian SNI dengan metode dua bahasa dapat menampilkan bahasa Indonesia pada halaman genap dan bahasa Inggris pada halaman ganjil.”

Analisis gas — Pembuatan campuran gas untuk kalibrasi menggunakan metode dinamis — Bagian 7: Pengendali alir-massa termal

1 Ruang lingkup

SNI ISO 6145 adalah serangkaian standar yang menangani berbagai metode dinamis yang digunakan untuk pembuatan campuran gas untuk kalibrasi. Standar ini mendefinisikan metode untuk pembuatan kontinu campuran gas untuk kalibrasi, dari gas murni secara nominal atau campuran gas dengan menggunakan pengendali alir-massa termal. Metode ini berlaku untuk pembuatan campuran spesies tidak reaktif, yaitu gas yang tidak bereaksi dengan bahan konstruksi jalur aliran dalam pengendali alir-massa termal atau peralatan tambahan.

Jika metode ini digunakan untuk pembuatan campuran gas untuk kalibrasi, kinerja optimal adalah sebagai berikut: ketidakpastian pengukuran diperluas relatif U , yang diperoleh dengan mengalikan ketidakpastian standar dengan faktor cakupan $k = 2$, tidak lebih dari 2%.

Jika gas pra-campuran digunakan menggantikan gas murni, fraksi mol di bawah 10^{-6} dapat diperoleh. Pengukuran alir-massa tidak mutlak dan pengendali alir membutuhkan kalibrasi independen.

Keuntungan dari metode ini adalah bahwa sejumlah besar campuran gas untuk kalibrasi dapat dibuat secara kontinu dan bahwa campuran multi-komponen bisa dibuat dengan mudah seperti campuran biner jika jumlah pengendali alir-massa termal yang tepat digunakan.

CATATAN Sistem campuran gas, berdasarkan pengendali alir-massa termal, dan beberapa termasuk fasilitas komputerisasi dan kendali otomatis, tersedia secara komersial.

2 Acuan normatif

Dokumen acuan berikut diperlukan untuk persyaratan Standar ini. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi yang disebutkan yang berlaku. Untuk acuan tidak bertanggal, berlaku edisi terakhir dari dokumen acuan tersebut (termasuk seluruh perubahan/amendemennya)

ISO 6143, *Gas analysis – Comparison methods for determining and checking the composition of calibration gas mixtures*

ISO 6145-1, *Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods – Part 1: Methods of calibration*

ISO 7504, *Gas analysis – Vocabulary*

ISO 12963, *Gas analysis - Comparison methods for determination of the composition of gas mixtures based on one- and two-point calibration*

ISO 19229, *Gas analysis – Purity analysis and the treatment of purity data*

3 Istilah dan definisi

Untuk tujuan standar ini, istilah dan definisi yang diberikan dalam ISO 7504 berlaku.

Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods — Part 7: Thermal mass-flow controllers

1 Scope

ISO 6145 is a series of documents dealing with various dynamic methods used for the preparation of calibration gas mixtures. This document specifies a method for continuous preparation of calibration gas mixtures, from nominally pure gases or gas mixtures by use of thermal mass-flow controllers. The method is applicable to preparation of mixtures of non-reacting species, i.e. those which do not react with any material of construction of the flow path in the thermal mass-flow controller or the ancillary equipment.

If this method is employed for preparation of calibration gas mixtures the optimum performance is as follows: the relative expanded measurement uncertainty U , obtained by multiplying the standard uncertainty by a coverage factor $k = 2$, is not greater than 2%.

If pre-mixed gases are used instead of pure gases, mole fractions below 10^{-6} can be obtained. The measurement of mass flow is not absolute and the flow controller requires independent calibration.

The merits of the method are that a large quantity of the calibration gas mixture can be prepared on a continuous basis and that multi-component mixtures can be prepared as readily as binary mixtures if the appropriate number of thermal mass-flow controllers is utilized.

NOTE Gas blending systems, based upon thermal mass-flow controllers, and some including the facility of computerization and automatic control, are commercially available.

2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO 6143, *Gas analysis – Comparison methods for determining and checking the composition of calibration gas mixtures*

ISO 6145-1, *Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods – Part 1 : Methods of calibration*

ISO 7504, *Gas analysis – Vocabulary*

ISO 12963, *Gas analysis - Comparison methods for determination of the composition of gas mixtures based on one- and two-point calibration*

ISO 19229, *Gas analysis – Purity analysis and the treatment of purity data*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in ISO 7504 apply.

ISO dan IEC memelihara pangkalan data terminologi untuk digunakan dalam standardisasi di alamat berikut:

- Platform pencarian ISO Online: tersedia di <https://www.iso.org/obp>
- IEC *Electropedia*: tersedia di: <http://www.electropedia.org/>

4 Simbol

C_p	Kapasitas panas (pada tekanan tetap)
i, k	Indeks untuk komponen gas atau campuran gas
j	Indeks untuk gas induk
m	Massa
p	Tekanan
q	Jumlah komponen dalam campuran gas
q_m	Laju alir massa
q_v	Laju alir volume
T	Suhu
V	Volume
Φ	<i>Flux</i> panas
ϕ	Fraksi volume komponen dalam gas induk
φ	Fraksi volume komponen dalam campuran gas
ρ	Densitas

5 Prinsip

Pembuatan kontinu campuran gas untuk kalibrasi dari gas murni secara nominal atau campuran gas lainnya dengan menggunakan pengendali alir-massa termal yang tersedia secara komersial dijelaskan. Dengan menyesuaikan titik-titik pengaturan pada pengendali alir massa ke nilai-nilai yang ditentukan sebelumnya, memungkinkan untuk mengubah komposisi campuran gas dengan cepat dan secara kontinu dapat divariasikan. Dengan memilih kombinasi yang tepat dari pengendali alir-massa termal dan dengan menggunakan gas murni, fraksi volume komponen yang dimaksud dalam matriks gas dapat divariasikan dengan faktor 1.000.

6 Pengaturan

6.1 Umum

Untuk membuat campuran gas, setiap komponen gas dilewatkan melalui pengendali alir-massa termal terkalibrasi (TMC) pada tingkat laju alir yang diketahui dan terkendali dan pada tekanan konstan. Meteran aliran yang akurat digunakan untuk mengukur tingkat laju alir yang relevan untuk mencapai tingkat ketidakpastian yang dapat diterima terlepas dari pengaturan pengendali alir-massa (lihat juga ISO 6145-1).

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- ISO Online browsing platform: available at <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: available at: <http://www.electropedia.org/>

4 Symbols

C_p	Heat capacity (at constant pressure)
i, k	Indices for components in a gas or gas mixture
j	Index for a parent gas
m	Mass
p	Pressure
q	Number of components in the gas mixture
q_m	Mass flow rate
q_v	Volume flow rate
T	Temperature
V	Volume
Φ	Heat flux
ϕ	Volume fraction of a component in a parent gas
φ	Volume fraction of a component in a gas mixture
ρ	Density

5 Principle

The continuous preparation of calibration gas mixtures from nominally pure gases or other gas mixtures by the use of commercially available thermal mass-flow controllers is described. By adjustment of the set-points on the mass flow controllers to pre-determined values, it is possible to change the composition of the gas mixture rapidly and in a continuously variable manner. By selection of appropriate combinations of thermal mass-flow controllers and with use of pure gases, the volume fraction of the component of interest in the matrix gas can be varied by a factor of 1.000.

6 Set-up

6.1 General

To prepare a gas mixture, each gaseous component is passed through a calibrated thermal mass flow controller (TMC) at a known and controlled flow rate and at constant pressure. Accurate flow meters are used to measure the relevant flow rates in order to achieve an acceptable level of uncertainty regardless of the setting of the mass flow controller (see also ISO 6145-1)

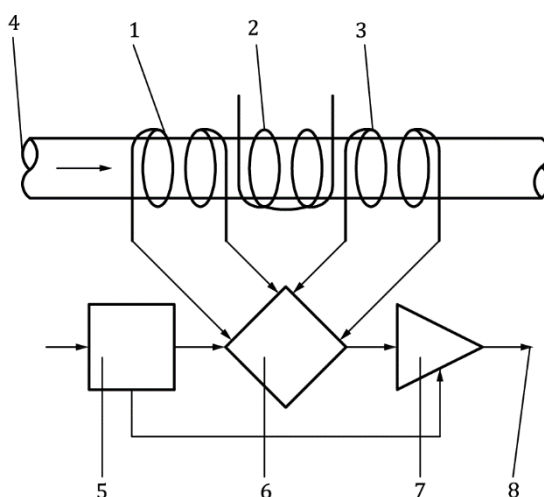
TMC terdiri dari unit pengukuran alir massa dan katup proporsional yang dikendalikan oleh unit elektronik (lihat juga Referensi [1] and [2]).

6.2 Pengendali alir-massa termal menggunakan pasokan arus tetap

Gas yang mengalir melalui pemanas yang terhubung ke pasokan arus konstan dan suhu diatur ke hulu dan hilir dari pemanas.

Gambar 1 menunjukkan prinsip kerja TMC dan komponennya: pemanas, sensor suhu dan sirkuit terkait. Dua sensor suhu, satu hulu dan satu hilir dari pemanas membentuk dua lengan sirkuit jembatan *Wheatstone*, yang seimbang untuk memberikan pembacaan nol ketika tidak ada aliran gas. Ketika ada aliran gas melalui sistem, perbedaan suhu, ΔT , ditetapkan antara dua sensor sehingga *flux* panas, Φ , diberikan oleh Persamaan (1):

$$\Phi = C_p \Delta T q_m \tag{1}$$



Keterangan

- | | | | |
|---|---------------|---|----------------------------|
| 1 | sensor suhu 1 | 5 | pasokan arus |
| 2 | pemanas | 6 | jembatan <i>wheatstone</i> |
| 3 | sensor suhu 2 | 7 | penguat diferensial |
| 4 | pasokan gas | 8 | pembacaan sinyal |

Gambar 1 — Prinsip pengendali alir-massa termal dengan pasokan arus tetap

Perbedaan suhu antara sensor menghasilkan perbedaan potensial di seluruh sirkuit jembatan *Wheatstone* dan dengan demikian menghasilkan sinyal yang berbeda. Sinyal ini dibandingkan dengan tegangan acuan yang dapat diatur dalam penguat diferensial. Sinyal keluaran yang dihasilkan pada gilirannya digunakan untuk mengoperasikan katup kendali untuk mengatur aliran gas.

6.3 Pengendali alir-massa termal dibawah kendali suhu tetap

Dalam sistem, yang ditunjukkan pada Gambar 2, gas induk melewati tiga pemanas berturut-turut, masing-masing dihubungkan dengan lengan dari jembatan *Wheatstone* yang mengatur sendiri. Menggantikan perbedaan suhu yang diukur, input ke setiap pemanas adalah sedemikian rupa sehingga distribusi suhu di sepanjang jalur aliran dipertahankan secara merata.

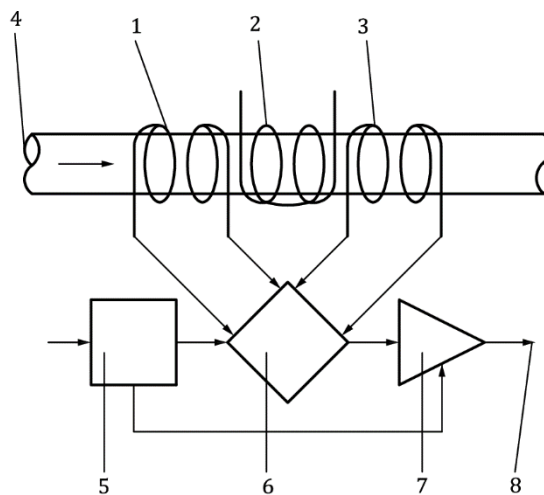
A TMC consists of a measuring unit for mass flow and a proportioning valve which is controlled by an electronic unit (see also Reference [1] and [2]).

6.2 Thermal mass-flow controller using a constant current supply

The flowing gas is passed through a heater connected to a constant current supply and the temperature is sensed upstream and downstream from the heater.

Figure 1 shows the working principle of a TMC and its key parts: heater, temperature sensors and associated circuitry. The two temperature sensors, one upstream and one downstream from the heater form two arms of a Wheatstone bridge circuit, which is balanced to give zero reading when there is no gas flow. When there is a gas flow through the system a temperature difference, ΔT , is established between the two sensors such that the heat flux, Φ , is given by Formula (1):

$$\Phi = C_p \Delta T q_m \quad (1)$$



Key

1	temperature sensor 1	5	current supply
2	heater	6	wheatstone bridge
3	temperature sensor 2	7	differential amplifier
4	gas supply	8	signal readout

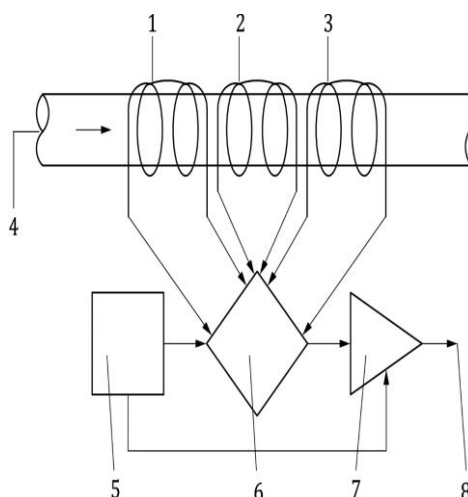
Figure 1 — Principle of a thermal mass-flow controller with constant current supply

The difference in temperature between sensors results in a potential difference across the Wheatstone bridge circuit and thus a signal. The signal is compared with an adjustable reference voltage in a differential amplifier. The resulting output signal is in turn used for operating a control valve to regulate the flow of gas.

6.3 Thermal mass-flow controller under constant temperature control

In the system, shown in Figure 2, the parent gas passes through three heaters in sequence, each of which is connected into an arm of a self-regulating Wheatstone bridge. Instead of the difference in temperature being measured, the input to each heater is such that the temperature distribution along the flow path is uniformly maintained.

Arus jembatan *Wheatstone* proporsional dengan hilangnya panas dan oleh karena itu juga proporsional dengan alir massa gas. Sinyal keluaran digunakan lagi untuk mengoperasikan katup solenoid untuk mengendalikan laju alir massa.



Keterangan

- | | |
|---------------|------------------------------|
| 1 pemanas 1 | 5 pasokan arus |
| 2 pemanas 2 | 6 jembatan <i>wheatstone</i> |
| 3 pemanas 3 | 7 penguat diferensial |
| 4 pasokan gas | 8 pembacaan sinyal |

Gambar 2 — Pengendali alir-massa termal dibawah kendali suhu tetap

Dalam pembuatan campuran multi-komponen, umumnya diperlukan untuk menggunakan satu pengendali alir-massa untuk setiap komponen. Pengendali *dual-channel* tersedia dan dapat digunakan dalam pembuatan campuran biner atau, misalnya, pembuatan campuran gas tertentu dalam udara.

7 Pembuatan campuran gas

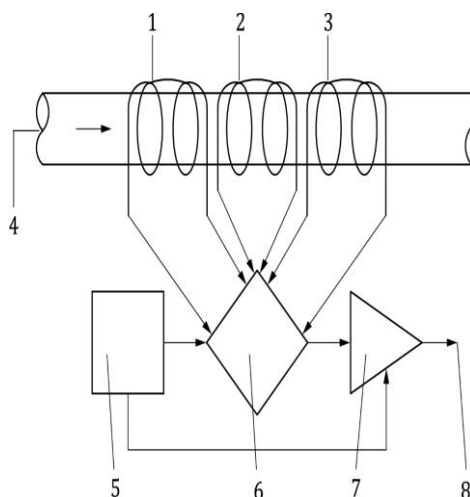
7.1 Penjelasan prosedur eksperimental

Sebuah diagram skematis dari pengaturan untuk pembuatan campuran biner ditunjukkan pada Gambar 3.

Tekanan dan suhu pada saat kalibrasi harus dicatat. Tergantung pada gas yang akan dicampur dan penyimpangan gas tersebut dari idealitas, fraksi volume dapat sedikit dipengaruhi oleh tekanan dan suhu sekitar. Tekanan dan suhu pada saat kalibrasi alat analisis sebaiknya sedekat mungkin dengan tekanan dan suhu pada saat TMC diperiksa dengan metode perbandingan ISO 6143 atau ISO 12963 (lihat 7.3).

Komposisi campuran gas untuk kalibrasi biasanya dinyatakan dalam fraksi volume, tetapi spesifikasi akurasi pabrikan untuk pengendali alir-massa termal biasanya dinyatakan dalam bentuk persentase dari skala penuh instrumen. Ketidakpastian yang diperluas relatif sebesar 2%, yang dinyatakan dalam ruang lingkup standar ini, adalah 2% dari fraksi volume komponen kalibrasi dari campuran.

The Wheatstone bridge current is proportional to the heat loss and therefore proportional also to the mass flow of the gas. The output signal is again used to operate a solenoid valve to control the mass flow rate.



Key

1	heater 1	5	current supply
2	heater 2	6	wheatstone bridge
3	heater 3	7	differential amplifier
4	gas supply	8	signal readout

Figure 2 — Thermal mass-flow controller under constant temperature control

In the preparation of multicomponent mixtures, it is generally necessary to use one mass-flow controller for each component. Dual-channel controllers are available and may be used in the preparation of binary mixtures or, for example, preparation of mixtures of a given gas in air.

7 Preparation of gas mixtures

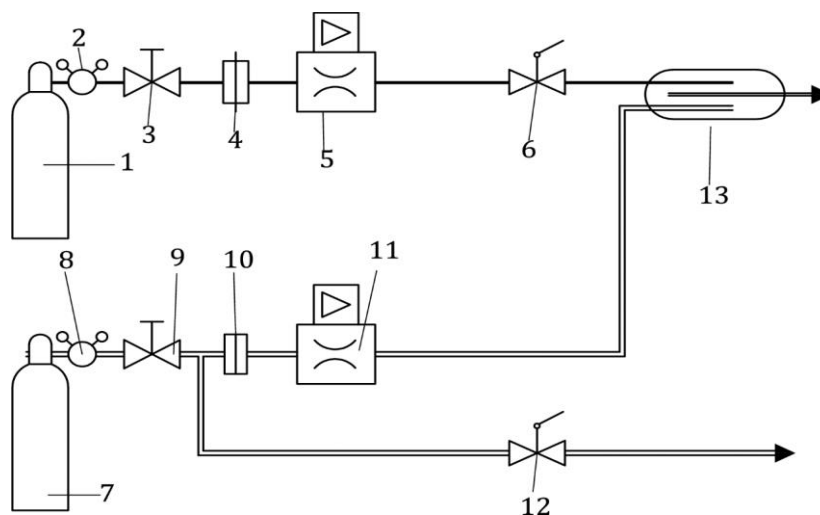
7.1 Description of the experimental procedure

A schematic diagram of the arrangement for preparation of binary mixtures is shown in Figure 3.

The pressure and temperature at the time of the calibration shall be recorded. Depending on the gases to be mixed and their departure from ideality, the volume fraction can be somewhat influenced by the ambient pressure and temperature. The pressure and temperature at the time of calibration of the analyser should be as near as possible to those prevalent at the time the TMCs were checked by the comparison method ISO 6143 or ISO 12963 (see 7.3).

Compositions of calibration gas mixtures are normally expressed by volume fractions but manufacturers' accuracy specifications for thermal mass-flow controllers are usually expressed in terms of percentage of the full scale of the instrument. The relative expanded uncertainty of 2 %, which is quoted in the Scope of this document, is 2 % of the volume fraction of the calibration component of the mixture.

Nilai ini mengasumsikan penggunaan optimal dari setiap TMC dalam sistem, yang berarti bahwa masing-masing beroperasi pada, atau sangat dekat dengan, tingkat laju alir maksimumnya. Dengan demikian, jika TMC beroperasi pada 10% dari skala penuh, ketidakpastian diperluas dinyatakan sebagai persentase dari aliran maksimum (berbeda dari ketidakpastian diperluas relatif) dapat menjadi $\pm 1\%$, tetapi jika dinyatakan dalam bentuk persentase laju alir aktual, ketidakpastian diperluas relatif menjadi 10%.



Keterangan

Gas matrik:

- 1 silinder gas bertekanan
- 2 regulator tekanan
- 3 katup penutup
- 4 filter terhadap kontaminasi
- 5 pengendali alir-masa termal
- 6 katup penutup

Komponen kalibrasi:

- 7 silinder gas bertekanan
- 8 regulator tekanan
- 9 katup penutup
- 10 filter terhadap kontaminasi
- 11 pengendali alir-masa termal
- 12 katup penutup
- 13 wadah pencampuran

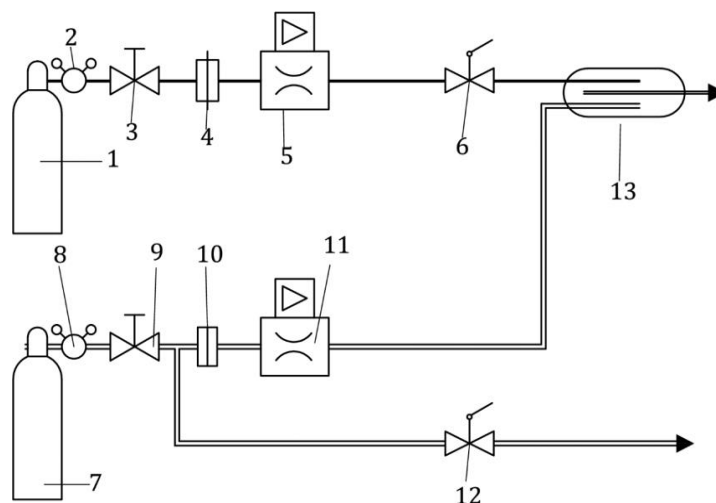
Gambar 3 — Peralatan pencampuran untuk pembuatan gas campuran biner menggunakan pengendali alir-massa termal

Campuran biner yang mengandung komponen kalibrasi pada fraksi volume 1:11 dapat dibuat dengan menggunakan dua TMC masing-masing skala penuh 1.000 ml/min dengan mengoperasikan satu pada 100 ml/min dan yang lain pada 1.000 ml/min. Namun, ketidakpastian yang diperluas yang terkait dengan laju alir yang pertama akan menjadi $\pm 10\%$ dari laju alir dan ketidakpastian diperluas relatif dalam fraksi volume akan $\pm 9\%$. Penggunaan satu TMC dengan rentang skala penuh 100 ml/min dan yang kedua dengan rangkaian skala penuh 1.000 ml/min, keduanya beroperasi sangat dekat dengan skala penuh, sehingga campuran memiliki fraksi volume dengan ketidakpastian diperluas relatif 2%.

Persyaratan yang sama harus dipenuhi untuk pembuatan campuran multi-komponen.

Metode yang tidak memerlukan kalibrasi terhadap standar eksternal laju alir gas atau fraksi volume dijelaskan secara singkat dalam Lampiran B, dan referensi ke publikasi yang menyediakan penjelasan lengkap diberikan dalam bibliografi.

This value assumes optimum use of each TMC in the system, which means that each is operated at, or very near to, its maximum flow rate. Thus, if a TMC is operated at 10 % of full scale, the expanded uncertainty expressed as percentage of maximum flow (as distinct from relative expanded uncertainty) can be ± 1 %, but if expressed instead as a percentage of the actual flow rate the relative expanded uncertainty becomes 10 %



Key

Matrix gas:

- 1 cylinder of pressurized gas
- 2 pressure regulator
- 3 shut-off valve
- 4 filter against contamination
- 5 thermal mass-flow controller
- 6 shut-off valve

Calibration component:

- 7 cylinder of pressurized gas
- 8 pressure regulator
- 9 shut-off valve
- 10 filter against contamination
- 11 thermal mass-flow controller
- 12 shut-off valve
- 13 mixing vessel

Figure 3 — Mixing apparatus for preparation of binary gas mixtures by means of thermal mass-flow controllers

A binary mixture containing the calibration component at volume fraction 1:11 could be prepared by use of two TMCs each of full scale 1.000 ml/min by operating one at 100 ml/min and the other at 1.000 ml/min. However, the expanded uncertainty associated with the flow rate of the former would be ± 10 % of flow rate and the relative expanded uncertainty in the volume fraction would be ± 9 %. Use one TMC with a full scale range of 100 ml/min and a second one with a full scale range of 1.000 ml/min, both being operated very close to full scale, so that the mixture has a volume fraction with a relative expanded uncertainty of 2 %.

The same requirement shall be observed relative to preparation of multi component mixtures.

A method for which there is no requirement for calibration against external standards of gas flow rate or volume fraction is described briefly in Annex B, and the reference to the publication which provides the complete description is given in the bibliography.

Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3, silinder gas (1) dan (7) yang masing-masing mengandung matriks gas dan komponen yang dimaksud terhubung ke pengendali alir-massa termal (5) dan (11) melalui regulator tekanan (2) dan (8) dan katup penutup (3) dan (9). Dua filter *in-line* (4) dan (10) memberikan perlindungan terhadap kontaminasi. Gas dari pengendali aliran masuk ke dalam wadah pencampuran (13).

Rentang kerja yang direkomendasikan untuk regulator tekanan adalah 60 kPa (0,6 bar) hingga 600 kPa (6,0 bar). Regulator tekanan untuk "komponen gas" juga harus sesuai untuk komponen tertentu yang dilibatkan (misalnya, diafragma harus dari *stainless steel* atau bahan tahan korosi lainnya). Demikian pula, pengendali alir-massa termal harus sesuai untuk digunakan dengan komponen gas dan untuk persyaratan campuran gas.

Menetapkan tekanan input yang sesuai untuk pengendali menggunakan regulator tekanan dan membuka katup penutup (3), (6) dan (9). Membilas jalur masuk komponen gas melalui katup penutup (12), yang harus bertipe yang dapat dioperasikan dengan cepat.

Sesuaikan titik-titik yang ditetapkan dari pengendali untuk mendapatkan laju alir masing-masing dalam rasio yang benar untuk komposisi yang diinginkan dari campuran gas biner; sementara itu, melanjutkan proses pembersihan pipa input untuk komponen gas dengan membuka dan menutup katup secara berulang (12), sampai volume total gas setidaknya 10 kali volume jalur aliran telah dilepaskan.

Setelah sistem dibilas secara menyeluruh, pasang gas melalui pengendali alir-massa termal ke wadah pencampuran (13), yang terbuat dari bahan *inert*. Tersedia bahwa resistensi aliran hilir dari wadah pencampuran (13) rendah sehubungan dengan aliran yang dikirimkan pada sumber, campuran mengalir pada tekanan atmosfer sekitar ke instrumen.

Meskipun untuk sebagian besar aplikasi campuran gas akan ditransmisikan pada tekanan atmosfer sekitar yang berlaku, metode ini juga diperkirakan dapat diterapkan untuk membawa campuran pada tekanan keluaran yang tinggi. Namun, dalam hal ini perlu untuk mempertimbangkan perubahan dalam C_p dan densitas komponen gas dengan tekanan untuk menilai validitas prosedur ini.

7.2 Kisaran validitas

Seperti yang dinyatakan dalam ruang lingkup, metode ini berlaku untuk pembuatan campuran spesies tidak reaktif, yang tidak bereaksi dengan bahan konstruksi jalur aliran dalam pengendali alir-massa termal atau peralatan tambahan. Perhatian khusus harus dilakukan jika metode ini dianggap sebagai sarana untuk membuat campuran gas yang mengandung komponen yang membentuk campuran yang berpotensi meledak di udara. Langkah-langkah harus diambil untuk memastikan bahwa peralatan tersebut aman, misalnya dengan menggunakan penghalang api di samping barang-barang yang tercantum di dalam 6.1.

Metode ini tidak mutlak dan setiap pengendali alir-massa termal harus dikalibrasi untuk gas atau campuran gas tertentu yang akan digunakan.

7.3 Kondisi pengoperasian

Kondisi-kondisi yang mempengaruhi efisiensi pengoperasian dari sistem sensor adalah bahwa

- harus tidak ada kehilangan atau penambahan panas, selain yang dihasilkan dari aliran gas, antara daerah pemanas sensor hilir, dan bahwa
- harus ada distribusi suhu yang seragam di seluruh aliran gas.

As shown in Figure 3, gas cylinders (1) and (7) containing the matrix gas and the component of interest respectively are connected to the thermal mass-flow controllers (5) and (11) through pressure regulators (2) and (8) and shut-off valves (3) and (9). The two in-line filters (4) and (10) provide protection against contamination. The gases from the flow controllers enter the mixing vessel (13).

The recommended working range for the pressure regulators is 60 kPa (0,6 bar) to 600 kPa (6,0 bar). The pressure regulator for the “gaseous component” shall also be suitable for the particular component involved (e.g. the diaphragm shall be of stainless steel or other corrosion resistant material). Similarly, the thermal mass-flow controllers shall be suitable for use with the gaseous components and for the requirements of the gas mixture.

Set the input pressures appropriate to the controllers using the pressure regulators and open the shut-off valves (3), (6) and (9). Purge the inlet path of the gaseous component through the shut-off valve (12), which shall be of a type which can be operated rapidly.

Adjust the set points of the controllers so as to obtain the respective flow rates in the correct ratio for the desired composition of the binary gas mixture; meanwhile, continue the purging process of the input tube for the component gas by multiple opening and closing of valve (12), until a total volume of gas at least 10 times the volume of the flow path has been vented.

When the system has been thoroughly purged, feed the gases via the thermal mass-flow controllers to the mixing vessel (13), constructed from inert materials. Provided that the resistance to flow downstream of the mixing vessel (13) is low in relation to the flow being delivered at the source, the mixture flows at ambient atmospheric pressure to the instrument.

Although for most applications the gas mixture will be transmitted at the prevailing ambient atmospheric pressure, this method may also conceivably be applied to convey mixtures at elevated exit pressures. However, in this case it would be necessary to give due consideration to changes in C_p and density of the gaseous components with pressure in order to assess the validity of this procedure.

7.2 Range of validity

As stated in the scope, this method is applicable to preparation of mixtures of non-reacting species, i.e. those which do not react with any material of construction of the flow path in the thermal mass-flow controller or the ancillary equipment. Particular care shall be exercised if the method is considered as a means of preparation of gaseous mixtures which contain components which form potentially explosive mixtures in air. Steps shall be taken to ensure that the apparatus is safe for example by means of in-line flame arrestors in addition to the items listed in 6.1.

This method is not absolute and each thermal mass flow controller shall be calibrated for the particular gas or gas mixture for which it is to be used.

7.3 Operating conditions

The conditions for efficient operation of the sensor system are that

- there shall be no heat loss or heat gain, other than that which results from the flow of gas, between the region of the heater and that of the downstream sensor, and that
- there shall be uniform temperature distribution across the gas stream.

Asumsi bahwa C_p adalah tetap dan hanya valid di atas rentang suhu terbatas. Tindakan pencegahan yang umum untuk semua teknik pembuatan dinamis harus diperhatikan. Penting untuk memperhatikan bahan yang digunakan dalam konstruksi sistem aliran. Hanya bahan dengan porositas rendah yang tidak menyebabkan adsorpsi dari salah satu komponen dalam gas atau campuran gas yang cocok. Pemipaan harus bersih dan semua *union* aman.

Kecuali jika independensi pengendali alir-massa termal terhadap orientasinya telah ditetapkan, pengendali harus dipertahankan dalam orientasi di mana pengendali dikalibrasi. Pengendali harus dikalibrasi untuk komponen tersebut dan mungkin perlu untuk berkonsultasi dengan pabrikan pengendali jika jenis gas harus diubah; mungkin diperlukan untuk mengubah sensor.

8 Perhitungan

8.1 Fraksi volume

Tentukan fraksi volume menggunakan salah satu metode kalibrasi untuk laju alir yang dijelaskan dalam ISO 6145-1. Pertimbangan yang tepat harus diberikan pada ketidakpastian yang terkait dengan metode yang dipilih.

Kalibrasi TMC akan menentukan laju alir massa, atau laju alir volume, bergantung pada metode yang digunakan.

$$q_m = \frac{\Phi}{C_p \Delta T} \quad (2)$$

$$q_V = \frac{\Phi}{C_p \rho \Delta T} \quad (3)$$

Perhitungan fraksi volume berikut hanya valid jika digunakan gas dengan kemurnian tinggi dan fraksi pengotor yang cukup rendah. Kemurnian gas harus dievaluasi sesuai dengan ISO 19229 dan data kemurnian harus dibuat sebagaimana mestinya. Jika tingkat pengotor terlalu tinggi untuk diabaikan dalam perhitungan komposisi, perhitungan alternatif harus digunakan. Salah satu kemungkinan diberikan dalam Lampiran A.

Jumlah fraksi zat dihitung sebagai:

$$x_A = \frac{\frac{(q_m)_A}{M_A}}{\left[\frac{(q_m)_A}{M_A} + \frac{(q_m)_B}{M_B} \right]} \quad (4)$$

di mana

M_A dan M_B adalah massa molar, masing-masing komponen A dan B
 $(q_m)_A$ dan $(q_m)_B$ adalah nilai laju alir massa, masing-masing komponen A dan B

The assumption that C_p is constant is valid only over a restricted range of temperature. The general precautions common to all dynamic techniques of preparation shall be observed. It is essential that attention is paid to the materials used in the construction of the flow system. Only materials of low porosity that do not cause adsorption of any of the components in the gases or gas mixture are suitable. The tubing shall be clean and all unions secure.

Unless independence of the thermal mass-flow controller to its orientation has been established, it shall be maintained in the orientation in which it was calibrated. Controllers shall be calibrated for the components in question and it may be necessary to consult the manufacturer of the controller if the type of gas is to be changed; it may be necessary for the sensor to be changed.

8 Calculations

8.1 Volume fraction

Determine the volume fraction using any of the methods of calibration for the flow rates described in ISO 6145-1. Due consideration shall be given to the uncertainty associated with the method selected.

Calibration of the TMC will define the mass flow rate, or the volume flow rate, dependent on the method used.

$$q_m = \frac{\Phi}{C_p \Delta T} \quad (2)$$

$$q_V = \frac{\Phi}{C_p \rho \Delta T} \quad (3)$$

The following calculation of the volume fractions is only valid if high-purity gases are used with impurity fractions that are sufficiently low. The purity of the gases shall be evaluated in accordance with ISO 19229 and the purity data shall be prepared accordingly. If impurity levels are too high to be neglected in the calculation of the composition, an alternative calculation shall be used. One possibility is given in Annex A.

The amount of substance fraction is calculated as:

$$x_A = \frac{\frac{(q_m)_A}{M_A}}{\left[\frac{(q_m)_A}{M_A} + \frac{(q_m)_B}{M_B} \right]} \quad (4)$$

Where

M_A and M_B are the molar masses of components A and B respectively;
 $(q_m)_A$ and $(q_m)_B$ denote the values of mass flow rate, for components A and B respectively.

Fraksi volume yang sesuai adalah:

$$\varphi_A = \frac{(q_V)_A}{(q_V)_A + (q_V)_B} \quad (5)$$

8.2 Sumber-sumber ketidakpastian

Pengendali alir massa termal yang tersedia secara komersial menunjukkan laju alir gas biasanya dalam satuan volume sebagai tampilan analog atau digital. Klaim akurasi yang umum adalah $\pm 1\%$ dari skala penuh, asalkan suhu sekitar dipertahankan $\pm 5^\circ\text{C}$ dari suhu saat instrumen dikalibrasi. Klaim yang sesuai untuk bagian titik *repeatability* yang ditetapkan adalah $\pm 0,2\%$ dari skala penuh.

Diasumsikan bahwa tekanan dan suhu masing-masing diukur dengan instrumen yang sama saat kalibrasi dan penggunaan, sehingga ketidakpastian standar dalam pengukuran ini konstan sepanjang waktu.

Dari persamaan (2) dan (3):

$$\frac{u(q_m)}{q_m} = \left[\frac{u^2(\Phi)}{\Phi^2} + \frac{u^2(\Delta T)}{\Delta T^2} + \frac{u^2(C_p)}{C_p^2} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (6)$$

$$\frac{u(q_V)}{q_V} = \left[\frac{u^2(\Phi)}{\Phi^2} + \frac{u^2(\Delta T)}{\Delta T^2} + \frac{u^2(\rho)}{\rho^2} + \frac{u^2(C_p)}{C_p^2} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (7)$$

CATATAN Pernyataan ketidakpastian gabungan relatif yang diberikan dalam persamaan (6) dan (7) disediakan sebagai informasi saja. Mereka diberikan untuk mengidentifikasi parameter yang berkontribusi terhadap $u_{\text{rel}}(q_m)$ dan $u_{\text{rel}}(q_V)$, Φ dan ΔT adalah fungsi pengendali alir massa dan ketidakpastiannya tercakup oleh ketidakpastian yang dicantumkan dari pabrik yang dijelaskan dalam Lampiran C.

Berikut ini adalah contoh umum perubahan relatif C_p terhadap suhu dan tekanan. Nilai-nilai ini menunjukkan bahwa pengaruh perubahan tekanan dan suhu dapat diabaikan dibandingkan dengan ketidakpastian yang melekat pada pengontrol itu sendiri.

CONTOH Dengan mengacu pada pengaruh perubahan tekanan dan suhu, perubahan C_p untuk nitrogen, misalnya, pada 100 kPa (1 bar) untuk perubahan suhu 5 K dari 290 K adalah sekitar 0,0002. Perubahan relatif C_p pada 290 K untuk perubahan tekanan dari 100 kPa (1 bar) ke 200 kPa (2 bar) adalah sekitar 0,001.

8.3 Pengukuran ketidakpastian

Ketidakpastian fraksi volume komponen kalibrasi dalam campuran kalibrasi pada suhu dan tekanan konstan, dapat diperkirakan dari ketidakpastian yang terpisah dalam laju alir komponen kalibrasi dan matriks gas.

Fraksi volume, φ_A , komponen A diberikan oleh persamaan (5)

Ketidakpastian diperluas relatif dalam φ_A diberikan oleh persamaan (8)

The corresponding volume fraction is:

$$\varphi_A = \frac{(q_V)_A}{(q_V)_A + (q_V)_B} \quad (5)$$

8.2 Sources of uncertainty

Commercially available thermal mass flow controllers indicate the gas flow rate usually in volume units as an analogue or digital display. Typical claims for accuracy are $\pm 1\%$ of full scale, provided that the ambient temperature is maintained within $\pm 5^\circ\text{C}$ of the temperature at which the instrument was calibrated. The corresponding claims for set point repeatability are $\pm 0,2\%$ full scale.

It is assumed that pressures and temperatures respectively are measured with the same instruments during calibration and use, so that the standard uncertainties in these measurements are constant throughout.

From Formulae (2) and (3):

$$\frac{u(q_m)}{q_m} = \left[\frac{u^2(\Phi)}{\Phi^2} + \frac{u^2(\Delta T)}{\Delta T^2} + \frac{u^2(C_p)}{C_p^2} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (6)$$

$$\frac{u(q_V)}{q_V} = \left[\frac{u^2(\Phi)}{\Phi^2} + \frac{u^2(\Delta T)}{\Delta T^2} + \frac{u^2(\rho)}{\rho^2} + \frac{u^2(C_p)}{C_p^2} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (7)$$

NOTE The expressions for relative combined uncertainty given in Formulae (6) and (7) are provided for information only. They have been given to identify the parameters which contribute to $u_{\text{rel}}(q_m)$ and $u_{\text{rel}}(q_V)$, Φ and ΔT are the functions of the mass flow controller and the uncertainties are covered by the uncertainty quoted by the manufacturer described in Annex C.

The following is a typical example of the relative change in C_p with temperature and pressure. These values show that the effects of pressure and temperature changes are negligible in comparison with the uncertainty inherent in the controller itself.

EXAMPLE With reference to effects of pressure and temperature changes, the relative change in C_p for nitrogen, for example, at 100 kPa (1 bar) for a change of 5 K in temperature from 290 K is approximately 0,0002. The relative change in C_p at 290 K for a change in pressure from 100 kPa (1 bar) to 200 kPa (2 bar) is approximately 0,001.

8.3 Uncertainty of measurement

The uncertainty of the volume fraction of the calibration component in the calibration mixture at constant temperature and pressure, can be estimated from the separate uncertainties in the flowrates of the calibration component and the matrix gas.

The volume fraction, φ_A , of component A is given by formula (5).

The relative expanded uncertainty in φ_A is the given by the formula (8):

$$\frac{U(\varphi_A)}{\varphi_A} = 2 \frac{(q_V)_B}{(q_V)_A + (q_V)_B} \left\{ \frac{u^2[(q_V)_A]}{[(q_V)_A]^2} + \frac{u^2[(q_V)_B]}{[(q_V)_B]^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (8)$$

CATATAN Turunan persamaan di atas dirangkum dalam C.1.

Faktor cakupan “2” diterapkan untuk memberikan probabilitas cakupan sekitar 95% dalam hal distribusi normal.

Ketidakpastian laju alir diperkirakan dengan kalibrasi pengendali alir-massa termal dengan salah satu metode yang disajikan dalam ISO 6145-1.

Jika diperlukan, pengaruh pengotor dalam campuran gas terhadap ketidakpastian pengukuran harus dievaluasi (lihat juga Lampiran A).

Estimasi ini pada ketidakpastian relatif dalam komposisi bergantung sepenuhnya pada ketidakpastian pengukuran laju alir. Faktor lain yang perlu dipertimbangkan adalah efisiensi pencampuran. Untuk memeriksa apakah sistem pencampuran benar-benar menghasilkan campuran gas untuk kalibrasi yang homogen, campuran harus dibuat sebagaimana ditentukan pada Pasal 7, komposisi harus diperiksa menggunakan metode yang diberikan dalam ISO 6143 atau ISO 12963, dan tekanan serta suhu sekitar harus dicatat.

Prosedur ini juga mengidentifikasi bias dari sumber lain dan menetapkan ketertelusuran terhadap standar campuran gas.

$$\frac{U(\varphi_A)}{\varphi_A} = 2 \frac{(q_V)_B}{(q_V)_A + (q_V)_B} \left\{ \frac{u^2[(q_V)_A]}{[(q_V)_A]^2} + \frac{u^2[(q_V)_B]}{[(q_V)_B]^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (8)$$

NOTE The derivation of the above formula is summarized in C.1.

The coverage factor “2” has been applied in order to give a coverage probability of approximately 95 % in the case of normal distribution.

The uncertainty in the flow rates is estimated by calibration of the thermal mass-flow controllers by one of the methods presented in ISO 6145-1.

As necessary, the effect of impurities in the gases mixed on the measurement uncertainty shall be evaluated accordingly (see also Annex A).

This estimate of the relative uncertainty in the composition depends entirely on the uncertainties in measurements of flow rates. The other factor to be taken into account is the efficiency of mixing. To check if a mixing system actually provides a homogeneous calibration gas mixture, mixtures shall be prepared as specified in Clause 7, the compositions shall be checked using the methods given in ISO 6143 or ISO 12963, and the ambient pressure and temperature shall be recorded.

This procedure also identifies bias from other sources and establishes traceability against standard gas mixtures.

Lampiran A (informatif)

Gas pra-campuran untuk pembuatan campuran dengan pengenceran tinggi

A.1 Perhitungan fraksi volume

Jika gas pra-campuran digunakan sebagai pengganti gas murni, maka campuran dengan pengenceran lebih tinggi dapat dibuat. Perhitungan fraksi volume kemudian seperti di bawah ini (lihat juga Referensi [3]).

Fraksi volume komponen A dalam campuran gas dengan matriks gas B diberikan oleh persamaan (A.1):

$$\varphi_A = \frac{\varphi'_A (q_V)_M + \varphi''_A (q_V)_B}{(q_V)_M + (q_V)_B} = \frac{\varphi'_A (q_V)_M + \varphi''_A (q_V)_B}{(q_V)_\varphi} \quad (\text{A.1})$$

di mana

- φ'_A adalah fraksi volume A dalam gas pra-campuran;
- φ''_A adalah fraksi volume A dalam matriks gas B (biasanya nol);
- $(q_V)_M$ adalah laju alir volume gas pra-campuran, M;
- $(q_V)_B$ adalah laju alir volume matriks gas B;
- $(q_V)_\varphi$ adalah laju alir volume gas kalibrasi,

CATATAN $(q_V)_\varphi = (q_V)_M + (q_V)_B$ hanya jika tidak ada perubahan volume pada pencampuran

A.2 Ketidakpastian fraksi volume

Penting untuk memperhitungkan ketidakpastian standar laju alir volume dan ketidakpastian standar fraksi volume komponen dalam gas pra-campuran dan juga dalam matriks gas (jika relevan). Biasanya matriks gas tidak mengandung komponen yang diinginkan.

Untuk kasus di mana matriks gas tidak mengandung komponen A, lihat persamaan (A.2):

$$\varphi_A = \frac{\varphi'_A (q_V)_M}{(q_V)_M + (q_V)_B} \quad (\text{A.2})$$

dan ketidakpastian standar relatif dalam fraksi volume φ_A diberikan oleh persamaan (A.3):

$$\frac{u(\varphi_A)}{\varphi_A} = \frac{(q_V)_B}{(q_V)_B + (q_V)_M} \left\{ \frac{u^2[(q_V)_M]}{(q_V)_M^2} + \frac{u^2[(q_V)_B]}{(q_V)_B^2} + \left[\frac{(q_V)_B + (q_V)_M}{(q_V)_B} \right]^2 \frac{u^2(\varphi'_A)}{(\varphi'_A)^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (\text{A.3})$$

Persamaan ini diturunkan dari C.2.

Annex A
(informative)
Pre-mixed gases for the preparation of mixtures of high dilution

A.1 Calculation of the volume fraction

If pre-mixed gases are used instead of pure gases mixtures of higher dilution can be prepared. Calculation of volume fraction is then as below (see also Reference [3]):

The volume fraction of component A in a gas mixture with matrix gas B is given by the formula (A.1):

$$\varphi_A = \frac{\varphi'_A (q_V)_M + \varphi''_A (q_V)_B}{(q_V)_M + (q_V)_B} = \frac{\varphi'_A (q_V)_M + \varphi''_A (q_V)_B}{(q_V)_\varphi} \quad (\text{A.1})$$

where

- φ'_A is volume fraction of A in the pre-mixed gas;
- φ''_A is volume fraction of A in the matrix gas, B (this will normally be zero);
- $(q_V)_M$ is volume flow rate of the pre-mixed gas, M;
- $(q_V)_B$ is volume flow rate of the matrix gas B;
- $(q_V)_\varphi$ is volume flow rate of the calibration gas,

NOTE $(q_V)_\varphi = (q_V)_M + (q_V)_B$ only if there is no volume change on mixing

A.2 Uncertainty of volume fraction

It is necessary to take into account the standard uncertainties of the volume flow rates and the standard uncertainties of the volume fraction of the component in the pre-mixed gas and also in the matrix gas (if relevant). Normally the matrix gas will not contain the component of interest.

For the case in which the matrix gas does not contain the component A, see Formula (A.2):

$$\varphi_A = \frac{\varphi'_A (q_V)_M}{(q_V)_M + (q_V)_B} \quad (\text{A.2})$$

and the relative standard uncertainty in the volume fraction φ_A is given by the Formula (A.3):

$$\frac{u(\varphi_A)}{\varphi_A} = \frac{(q_V)_B}{(q_V)_B + (q_V)_M} \left\{ \frac{u^2[(q_V)_M]}{(q_V)_M^2} + \frac{u^2[(q_V)_B]}{(q_V)_B^2} + \left[\frac{(q_V)_B + (q_V)_M}{(q_V)_B} \right]^2 \frac{u^2(\varphi'_A)}{(\varphi'_A)^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (\text{A.3})$$

This formula is derived from C.2.

Lampiran B (Informatif) Petunjuk praktis

B.1 Peralatan

Seluruh sistem aliran sebaiknya bersih dan bebas dari partikel.

Regulator tekanan dan pipa kerja penyalur terkait sebaiknya dikhususkan untuk digunakan dengan komponen gas tertentu.

Pengendali alir-massa termal sebaiknya dijaga dalam orientasi yang sama ketika dikalibrasi dan ketika digunakan untuk pembuatan campuran gas.

Kisaran operasi sebaiknya sesuai untuk komponen gas, rasio pencampuran, laju alir minimum dan kemungkinan fraksi volume.

CATATAN Persyaratan bahwa pengendali alir-massa termal dioperasikan mendekati skala penuh disebutkan dalam 6.1

Katup penutup sebaiknya dipasang di antara regulator tekanan dan pengendali alir-massa termal untuk memastikan tidak ada kebocoran yang melewati regulator.

Semua dimensi jalur aliran dan bahan konstruksi sebaiknya dipilih secara cermat sehingga interaksi dengan komponen gas dapat diminimalkan. Secara khusus, regulator tekanan sebaiknya sesuai dengan gas yang akan dialirkan. *Stainless steel* berkualitas GC sebaiknya digunakan untuk mengalirkan komponen reaktif. Matriks gas tidak reaktif diperbolehkan untuk dialirkan dalam bahan plastik seperti polietilena atau politetrafluoroetilena. Namun, jika ada risiko adsorpsi, *stainless steel* sebaiknya digunakan.

Ukuran diameter dalam pipa aliran sebaiknya 1,5 mm hingga 2,0 mm untuk komponen yang bersangkutan dan 4,0 mm hingga 6,0 mm untuk matriks gas.

B.2 Operasi

Sebelum menggunakan gas kalibrasi, pastikan bahwa pipa kerja untuk komponen yang bersangkutan telah dibersihkan secara memadai dengan komponen tersebut. Waktu yang singkat sudah cukup untuk gas murni atau gas pra-campuran dengan fraksi volume yang lebih tinggi, namun beberapa jam diperlukan untuk gas pra-campuran yang lebih encer (di bawah 10^{-4} berdasarkan volume)

Untuk kalibrasi *analysers* gas pada tekanan atmosfer normal, gas kalibrasi sebaiknya dipasok tanpa tekanan berlebih. Oleh karena itu, pipa *bypass* yang sesuai sebaiknya disediakan. Kelebihannya tergantung pada komponen gas untuk kalibrasi dan *analyser* yang bergantung pada tekanan.

Dalam hal aliran gas korosif atau beracun yang berlebih sebaiknya dilepaskan dengan aman namun penggunaan terlalu lama pipa kerja untuk pelepasan sebaiknya dihindari untuk meminimalkan pengaruh tekanan balik.

Annex B (Informative) **Practical hints**

B.1 Equipment

The complete flow system should be clean and free from particles.

Pressure regulators and associated pipework should be dedicated for use with specific gaseous components.

The thermal mass-flow controller should be maintained in the same orientation when it is calibrated and when in use for preparation of gas mixtures.

The operating ranges should be appropriate for the gaseous component, mixing ratio, minimum flowrate and the possible volume fractions.

NOTE The requirement that the thermal mass-flow controllers are to be operated near to full scale is given in 6.1

Shut-off valves should be installed between pressure regulators and thermal mass-flow controllers in order to ensure that there is no leakage past the regulators.

All dimensions of the flow paths and the materials of construction should be carefully selected so that interaction with the gaseous components is minimized. In particular, pressure regulators should be suitable for the gases which they are to convey. GC-quality stainless steel should be used to convey reactive components. It is permissible for non-reactive matrix gases to be conveyed in plastic materials such as polyethylene or polytetrafluoroethylene. If there is any risk of adsorption, however, stainless steel should be used.

The nominal inner diameter of the conveyance tubes should be 1,5 mm to 2,0 mm for the component of interest and 4,0 mm to 6,0 mm for the matrix gas.

B.2 Operation

Before use of the calibration gases, ensure that the pipework for the component of interest is sufficiently purged with the component concerned. A short period is satisfactory in the case of the pure gas or pre-mixed gases at higher volume fractions, but several hours are necessary for the more dilute pre-mixed (below 10^{-4} by volume).

For calibration of gas analysers at normal atmospheric pressures, the calibration gas should be supplied at no excess pressure. Suitable by-pass tubes should therefore be provided. The excess depends upon the calibration gas component and the pressure dependence of the analyser.

In the case of corrosive or toxic gases any excess flow should be safely vented but long runs of venting pipework should be avoided in order to minimize back-pressure effects.

Jika terjadi gangguan pendek dalam prosedur kalibrasi *analyser*, pengaliran gas sebaiknya tidak terhambat dan jika pipa penghubung dilepas, pipa tersebut sebaiknya ditutup rapat agar tidak terkontaminasi.

B.3 Kalibrasi dan presisi

Sistem pengenceran aliran gas dengan akurasi tinggi menggunakan pengendali alir-massa, namun tidak terbatas pada pengendali alir-massa termal, telah dikembangkan dan dijelaskan dalam Referensi [4]. Untuk memahami metode yang telah digunakan yang memberikan variasi fraksi volume hingga ketidakpastian yang khas $\pm 0,4\%$ dari fraksi volume, makalah asli sebaiknya dibaca. Makalah ini merinci analisis ketidakpastian berdasarkan laju alir komponen kalibrasi dan gas kalibrasi yang baru muncul dan metode tersebut telah diverifikasi secara eksperimental terhadap metode gravimetri.

Makalah tambahan^[5] menjelaskan pendekatan yang lebih baik untuk menghitung ketidakpastian pengendali alir-massa termal. Makalah tersebut memberikan tinjauan dasar matematis untuk solusi umum kuadrat terkecil untuk penentuan kurva kalibrasi yang paling sesuai, dan memisahkan kontribusi sistematis terhadap ketidakpastian yang dihasilkan dari kalibrasi sistem aliran dari ketidakpastian acak yang terjadi setiap saat sistem dioperasikan. Dalam lampiran makalah tersebut, prosedur eksperimen dan matematis diilustrasikan dengan mengacu pada sistem pengenceran alir gas yang merupakan subjek dari Referensi [4], namun prinsipnya juga dapat diterapkan pada metode pembuatan campuran gas biner yang dijelaskan dalam standar ini. Dua puluh lima referensi literatur tersedia.

In the event of short interruption in the analyser calibration procedure, conveyance of the gases should not be arrested and if connecting tubes are removed they should be adequately sealed against contamination.

B.3 Calibration and precision

A high-accuracy gas flow dilution system using mass-flow controllers, but not restricted to thermal mass-flow controllers, has been developed and is described in Reference [4]. To gain an appreciation of the method, which has been employed to provide a variety of volume fractions to a typical uncertainty of $\pm 0,4$ % of volume fraction, the original paper should be read. The paper details the uncertainty analysis on the basis of the flow rates of the calibration component and the emergent calibration gas and the method has been verified experimentally against gravimetric methods.

An additional paper^[5] describes an improved approach to calculating the uncertainties of thermal mass-flow controllers. The paper provides a review of the mathematical basis for a general least-squares solution to the determination of best-fit calibration curves, and separates the systematic contribution to the uncertainty which results from the calibration of the flow system from the random uncertainty incurred each time the system is operated. In an appendix to the paper, the experimental and mathematical procedures are illustrated with reference to the gas flow dilution system which is the subject of the Reference [4], but it is equally applicable in principle to the method of preparation of binary gas mixtures described in this document. Twenty-five literature references are provided.

Lampiran C
(Informatif)
Perhitungan ketidakpastian

C.1 Ketidakpastian standar relatif φ_A dalam hal secara nominal gas murni

Simbol-simbol ini disebutkan pada 7.3 dan Lampiran A.

Fraksi volume komponen A dalam campuran gas murni A dan gas murni B diberikan oleh:

$$\varphi_A = \frac{(q_V)_A}{(q_V)_A + (q_V)_B} \quad (\text{C.1})$$

Ketidakpastian dalam φ_A adalah:

$$u(\varphi_A) = \left\{ \left[\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_A} \right]^2 u^2 [(q_V)_A] + \left[\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_B} \right]^2 u^2 [(q_V)_B] \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (\text{C.2})$$

Berdasarkan diferensiasi dari Persamaan (C.1):

$$\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_A} = \frac{(q_V)_B}{[(q_V)_A + (q_V)_B]^2}$$

$$\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_B} = \frac{-(q_V)_A}{[(q_V)_A + (q_V)_B]^2}$$

dan dengan substitusi pada Persamaan (C.2) ketidakpastian standar relatifnya adalah:

$$\begin{aligned} \frac{u(\varphi_A)}{\varphi_A} &= \frac{(q_V)_A + (q_V)_B}{(q_V)_A} \left\{ \frac{1}{[(q_V)_A + (q_V)_B]^2} \right\} \left\{ (q_V)_B^2 u^2 [(q_V)_A] + (q_V)_A^2 u^2 [(q_V)_B] \right\}^{\frac{1}{2}} \\ &= \frac{(q_V)_A (q_V)_B}{(q_V)_A [(q_V)_A + (q_V)_B]} \left\{ \frac{u^2 [(q_V)_A]}{(q_V)_A^2} + \frac{u^2 [(q_V)_B]}{(q_V)_B^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \\ &= \frac{(q_V)_B}{(q_V)_A + (q_V)_B} \left\{ \frac{u^2 [(q_V)_A]}{(q_V)_A^2} + \frac{u^2 [(q_V)_B]}{(q_V)_B^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \end{aligned}$$

Faktor cakupan “2” diterapkan pada 7.3 untuk memberikan probabilitas cakupan 95%.

Annex C
(Informative)
Calculations of uncertainties

C.1 Relative standard uncertainty of φ_A in case of nominally pure gases

The symbols are those given in 7.3 and Annex A.

The volume fraction of component A in a mixture of pure gas A and pure gas B is given by:

$$\varphi_A = \frac{(q_V)_A}{(q_V)_A + (q_V)_B} \quad (\text{C.1})$$

The uncertainty in φ_A is:

$$u(\varphi_A) = \left\{ \left[\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_A} \right]^2 u^2 [(q_V)_A] + \left[\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_B} \right]^2 u^2 [(q_V)_B] \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (\text{C.2})$$

By differentiation of Formula (C.1):

$$\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_A} = \frac{(q_V)_B}{[(q_V)_A + (q_V)_B]^2}$$

$$\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_B} = \frac{-(q_V)_A}{[(q_V)_A + (q_V)_B]^2}$$

and by substitution in Formula (C.2) the relative standard uncertainty is:

$$\begin{aligned} \frac{u(\varphi_A)}{\varphi_A} &= \frac{(q_V)_A + (q_V)_B}{(q_V)_A} \left\{ \frac{1}{[(q_V)_A + (q_V)_B]^2} \right\} \left\{ (q_V)_B^2 u^2 [(q_V)_A] + (q_V)_A^2 u^2 [(q_V)_B] \right\}^{\frac{1}{2}} \\ &= \frac{(q_V)_A (q_V)_B}{(q_V)_A [(q_V)_A + (q_V)_B]} \left\{ \frac{u^2 [(q_V)_A]}{(q_V)_A^2} + \frac{u^2 [(q_V)_B]}{(q_V)_B^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \\ &= \frac{(q_V)_B}{(q_V)_A + (q_V)_B} \left\{ \frac{u^2 [(q_V)_A]}{(q_V)_A^2} + \frac{u^2 [(q_V)_B]}{(q_V)_B^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \end{aligned}$$

The coverage factor "2" is applied in 7.3 to give 95% coverage probability.

C.2 Ketidakpastian standar relatif φ_a dalam hal terjadi pengenceran campuran gas

Simbol-simbol ini disebutkan pada 7.3 dan Lampiran A.

Dengan asumsi bahwa matriks gas B tidak mengandung komponen A:

$$\varphi_A = \frac{\varphi'_A (q_V)_M}{(q_V)_M + (q_V)_B} \quad (\text{C.3})$$

dan ketidakpastian standar dalam φ_A adalah:

$$u(\varphi_A) = \left\{ \left[\frac{\partial \varphi_A}{\partial \varphi'_A} \right]^2 u^2(\varphi'_A) + \left[\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_M} \right]^2 u^2[(q_V)_M] + \left[\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_B} \right]^2 u^2[(q_V)_B] \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (\text{C.4})$$

Berdasarkan diferensiasi dari persamaan (C.3):

$$\frac{\partial \varphi_A}{\partial \varphi'_A} = \frac{(q_V)_M}{(q_V)_M + (q_V)_B}$$

$$\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_M} = \frac{\varphi'_A (q_V)_M}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2}$$

$$\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_B} = \frac{-\varphi'_A (q_V)_M}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2}$$

dan dengan substitusi pada Persamaan (C.4) dan membaginya dengan φ_A maka ketidakpastian standar relatif dalam φ_A adalah:

$$\begin{aligned} \frac{u(\varphi_A)}{\varphi_A} &= \frac{(q_V)_M + (q_V)_B}{\varphi'_A (q_V)_M} \left\{ \left[\frac{\varphi'_A (q_V)_B}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2} \right]^2 u^2(q_V)_M + \left[\frac{\varphi'_A (q_V)_M}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2} \right]^2 u^2[(q_V)_B] \right\}^{\frac{1}{2}} \\ &\quad + \left[\frac{(q_V)_M}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2} \right]^2 u^2(\varphi'_A) \right\}^{\frac{1}{2}} \\ &= \frac{1}{\varphi'_A (q_V)_M} \left\{ \left[\frac{\varphi'_A (q_V)_B}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2} \right]^2 u^2[(q_V)_M] + \left[\frac{\varphi'_A (q_V)_M}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2} \right]^2 u^2[(q_V)_B] + (q_V)_M^2 u^2(\varphi'_A) \right\}^{\frac{1}{2}} \end{aligned}$$

C.2 Relative standard uncertainty of φ_A in case of diluting a gas mixture

The symbols are those given in 7.3 and Annex A.

Assuming that the matrix gas B does not contain component A:

$$\varphi_A = \frac{\varphi'_A (q_V)_M}{(q_V)_M + (q_V)_B} \quad (\text{C.3})$$

and the standard uncertainty in φ_A is:

$$u(\varphi_A) = \left\{ \left[\frac{\partial \varphi_A}{\partial \varphi'_A} \right]^2 u^2(\varphi'_A) + \left[\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_M} \right]^2 u^2[(q_V)_M] + \left[\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_B} \right]^2 u^2[(q_V)_B] \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (\text{C.4})$$

By differentiation of Formula (C.3):

$$\frac{\partial \varphi_A}{\partial \varphi'_A} = \frac{(q_V)_M}{(q_V)_M + (q_V)_B}$$

$$\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_M} = \frac{\varphi'_A (q_V)_M}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2}$$

$$\frac{\partial \varphi_A}{\partial (q_V)_B} = \frac{-\varphi'_A (q_V)_M}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2}$$

and by substitution in Formula (C.4) and dividing by φ_A the relative standard uncertainty in φ_A is:

$$\begin{aligned} \frac{u(\varphi_A)}{\varphi_A} &= \frac{(q_V)_M + (q_V)_B}{\varphi'_A (q_V)_M} \left\{ \left[\frac{\varphi'_A (q_V)_B}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2} \right]^2 u^2(q_V)_M + \left[\frac{\varphi'_A (q_V)_M}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2} \right]^2 u^2[(q_V)_B] \right\}^{\frac{1}{2}} \\ &\quad + \left[\frac{(q_V)_M}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2} \right]^2 u^2(\varphi'_A) \left\}^{\frac{1}{2}} \\ &= \frac{1}{\varphi'_A (q_V)_M} \left\{ \left[\frac{\varphi'_A (q_V)_B}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2} \right]^2 u^2[(q_V)_M] + \left[\frac{\varphi'_A (q_V)_M}{[(q_V)_M + (q_V)_B]^2} \right]^2 u^2[(q_V)_B] + (q_V)_M^2 u^2(\varphi'_A) \right\}^{\frac{1}{2}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
&= \frac{(q_V)_M (q_V)_B}{\varphi'_A (q_V)_M} \left\{ \left[\frac{\varphi'_A}{(q_V)_M + (q_V)_B} \right]^2 \left[\frac{u[(q_V)_M]}{(q_V)_M} \right]^2 \left[\frac{\varphi'_A}{(q_V)_M + (q_V)_B} \right]^2 \left[\frac{u[(q_V)_B]}{(q_V)_B} \right]^2 + \frac{(q_V)_M^2 u^2 (\varphi'_A)}{(q_V)_M^2 (q_V)_B^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \\
&= \frac{(q_V)_B}{\varphi'_A} \left\{ \left[\frac{\varphi'_A}{(q_V)_M + (q_V)_B} \right]^2 \frac{u^2 [(q_V)_M]}{(q_V)_M^2} + \left[\frac{\varphi'_A}{(q_V)_M + (q_V)_B} \right]^2 \frac{u^2 [(q_V)_B]}{(q_V)_B^2} + \left[\frac{u(\varphi'_A)}{(q_V)_B} \right]^2 \right\}^{\frac{1}{2}} \\
&= \frac{(q_V)_B}{(q_V)_M + (q_V)_B} \left\{ \frac{u^2 [(q_V)_M]}{(q_V)_M^2} + \frac{u^2 [(q_V)_B]}{(q_V)_B} + \left[\frac{(q_V)_M + (q_V)_B}{(q_V)_B} \right]^2 \left[\frac{u(\varphi'_A)}{(q_V)_B} \right]^2 \right\}^{\frac{1}{2}}
\end{aligned}$$

CATATAN Pernyataan ini diturunkan untuk metode pengendali alir-massa, namun juga dapat diterapkan untuk metode lain yang dijelaskan dalam berbagai bagian ISO 6145.

$$\begin{aligned}
&= \frac{(q_V)_M (q_V)_B}{\varphi'_A (q_V)_M} \left\{ \left[\frac{\varphi'_A}{(q_V)_M + (q_V)_B} \right]^2 \left[\frac{u[(q_V)_M]}{(q_V)_M} \right]^2 \left[\frac{\varphi'_A}{(q_V)_M + (q_V)_B} \right]^2 \left[\frac{u[(q_V)_B]}{(q_V)_B} \right]^2 + \frac{(q_V)_M^2 u^2 (\varphi'_A)}{(q_V)_M^2 (q_V)_B^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \\
&= \frac{(q_V)_B}{\varphi'_A} \left\{ \left[\frac{\varphi'_A}{(q_V)_M + (q_V)_B} \right]^2 \frac{u^2 [(q_V)_M]}{(q_V)_M^2} + \left[\frac{\varphi'_A}{(q_V)_M + (q_V)_B} \right]^2 \frac{u^2 [(q_V)_B]}{(q_V)_B^2} + \left[\frac{u(\varphi'_A)}{(q_V)_B} \right]^2 \right\}^{\frac{1}{2}} \\
&= \frac{(q_V)_B}{(q_V)_M + (q_V)_B} \left\{ \frac{u^2 [(q_V)_M]}{(q_V)_M^2} + \frac{u^2 [(q_V)_B]}{(q_V)_B^2} + \left[\frac{(q_V)_M + (q_V)_B}{(q_V)_B} \right]^2 \left[\frac{u(\varphi'_A)}{(q_V)_B} \right]^2 \right\}^{\frac{1}{2}}
\end{aligned}$$

NOTE This expression has been derived for the mass-flow controller method, but is equally applicable for other method described in the various parts of ISO 6145.

Bibliografi

- [1] ISO 14511:2001, *Measurement of fluid flow in closed conduits – Thermal mass flow Meters*
- [2] Tison, S.A. (NIST). A critical evaluation of thermal mass flow meters. *J Vacuum Science Tech. A*, 14 (4), 1996, pp. 2582-2591
- [3] ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Guide to The Expression of Uncertainty in Measurement (GUM:1995)*
- [4] Goody B.A, & Milton M.J.T (NPL). High-accuracy gas flow dilutor using mass flow controllers with binary weighted flows. *Meas. Sci. Technol.*, 13, (2002), pp.1138-1145
- [5] Milton M.J.T, Harris P.M, Smith I.M, Brown A.S, Goody B.A (NPL). Implementation of a generalized least-square method for determining calibration curves from data with general uncertainty structures. *Metrologia*, 43, (2006), pp. S291-S298
- [6] ISO 6142-1, *Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures – Part 1: Gravimetric method for Class I mixtures*

Informasi perumus SNI

[1] Komite Teknis Perumus SNI

Komite Teknis 71-06 Analisis gas

[2] Susunan keanggotaan Komite Teknis Perumusan SNI

Ketua : Oman Zuas
Sekretaris : Indah Mugi Lestari
Anggota : Tri Ligayanti
Wisnu Eka Yulianto
Arika Indri Dyah Utami
Harry Budiman
Yayun Andriani
Ramos Mangisi
Hadrianus Listya Prabowo
Annisa Lestari
Rokhmaturrokhman
Aloysius Dimas
Desie Khoerotunnisya
Arif Luqman
Ahmad Fatah
Tirtana Prasetia

[3] Konseptor Rancangan SNI

- Oman Zuas
- Annisa Lestari

[4] Sekretariat pengelola Komite Teknis perumus SNI

Direktorat Pengembangan Standar Agro, Kimia, Kesehatan dan Penilaian Kesesuaian –
Badan Standardisasi Nasional BSN